

Reactor for an elemental analysis system

Patent number: DE19836215
Publication date: 1999-02-18
Inventor: SIEPER HANS-PETER (DE)
Applicant: ELEMENTAR ANALYSENSYSTEME GMBH (DE)
Classification:
- international: **G01N31/12; G01N21/35; G01N31/12; G01N21/31; (IPC1-7): G01N31/12; G01N1/28; G01N21/35**
- european: **G01N31/12**
Application number: DE19981036215 19980811
Priority number(s): DE19981036215 19980811; DE19971034937 19970812

Report a data error here

Abstract of DE19836215

A reactive zone, defined by layers of catalytically activated absorptive material (19) and mineral wool (20), is provided at the bottom of the reactor. The analysis sample is fed into these layers by a platinum-iridium tube (21) together with oxygen and/or air supply at (6). Heat is supplied by coils (3) and the resultant vapours leave at (7) into a conventional analysis cycle. This batch-wise process replaces the conventional continuous process in order to realise the objective of providing a clean vapor from samples with high salt contents. The analysis loop, supplying the sample and oxygen/air to the reactor and receiving the vapor from the reactor, is shown in the line diagram of Fig.1. The vapor is cooled in a condenser and passed through silver wool to trap halides. There follows a drier, a flowmeter and an infrared photometer.

Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide



①⑨ **BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND**



**DEUTSCHES
PATENT- UND
MARKENAMT**

⑫ **Offenlegungsschrift**
⑩ **DE 198 36 215 A 1**

⑤① Int. Cl.⁶:
G 01 N 31/12
G 01 N 21/35
G 01 N 1/28

②① Aktenzeichen: 198 36 215.3
②② Anmeldetag: 11. 8. 98
④③ Offenlegungstag: 18. 2. 99

DE 198 36 215 A 1

⑥⑥ Innere Priorität:
197 34 937. 4 12. 08. 97

⑦① Anmelder:
Elementar Analysensysteme GmbH, 63452 Hanau,
DE

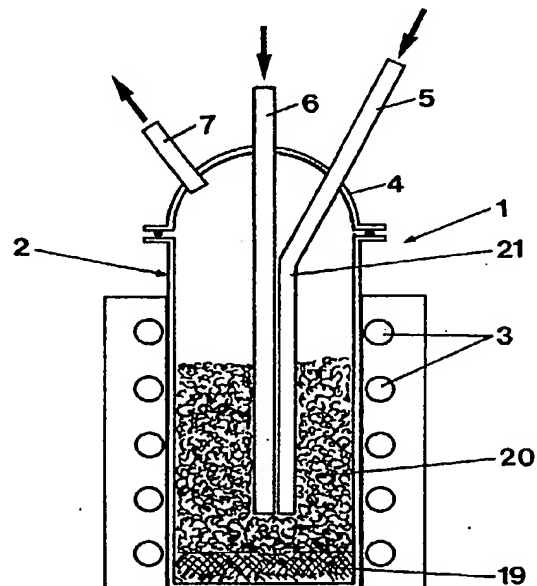
⑦④ Vertreter:
Grimm, E., Dipl.-Phys., Pat.-Anw., 63075 Offenbach

⑦② Erfinder:
Sieper, Hans-Peter, 63571 Gelnhausen, DE

Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen

⑤④ Vorrichtung und Verfahren für die Elementar-Analytik

⑤⑦ Vorrichtung zur Elementar-Analytik für die Bestimmung von Kohlenstoff, Stickstoff, Schwefel und/oder Halogenen flüssiger und/oder fester Proben-Substanzen mit einer Verbrennungseinrichtung, die einen Anschluß zur Eingabe von Proben-Substanz-Mengen und/oder Säure und/oder Wasser, einen Anschluß zur Sauerstoff-Zufuhr sowie einen Anschluß für die Abfuhr von Verbrennungsgasen sowie eine Heizeinrichtung aufweist, die dadurch gekennzeichnet ist, daß die Verbrennungseinrichtung als Reaktor (1) mit einem geschlossenen Behälter (2) ausgebildet ist, wobei der Behälter (2) an seiner Oberseite zumindest den Anschluß (7) für die Abfuhr der Verbrennungsgase aufweist und wobei zumindest die Sauerstoff-Zufuhr (6) und der Anschluß (5) für die Eingabe des Probenmaterials verschließbar sind. Weiterhin betrifft die Erfindung ein entsprechendes Verfahren für eine solche Elementaranalytik.



DE 198 36 215 A 1

Die vorliegende Erfindung betrifft eine Vorrichtung zur Elementar-Analytik für die Bestimmung von Kohlenstoff, Stickstoff, Schwefel und/oder Halogenen flüssiger und/oder fester Proben-Substanzen mit einer Verbrennungseinrichtung, die einen Anschluß zur Eingabe von Proben-Mengen und/oder Säure und/oder Wasser, einen Anschluß zur Sauerstoff-Zufuhr sowie einen Anschluß für die Abfuhr von Verbrennungsgasen sowie eine Heizeinrichtung aufweist. Weiterhin betrifft die Erfindung ein Verfahren zur Elementar-Analytik für die Bestimmung von Kohlenstoff, Stickstoff, Schwefel und/oder Halogenen flüssiger und/oder fester Proben-Substanzen, wobei einer Verbrennungseinrichtung Proben-Substanz-Mengen und/oder Säure und/oder Wasser sowie Sauerstoff in dosierten Mengen zugeführt werden, wobei in der Verbrennungseinrichtung die Proben-Substanz-Mengen getrocknet und verbrannt und in einer der Verbrennungseinrichtung nachgeordneten Analyseeinrichtung analysiert werden.

Verfahren und Vorrichtungen der vorstehend genannten Art sind allgemein bekannt und werden für die Elementar-Analytik von festen und flüssigen Substanzen im Bereich Umweltüberwachung, Qualitätskontrolle und Forschung, insbesondere für die Bestimmung des Anteils an Kohlenstoff, Stickstoff, Schwefel und der Halogene einer Substanz eingesetzt. Typischerweise umfassen solche Analysevorrichtungen ein Ofenrohr mit einer Verbrennungszone, in der die zu untersuchende Substanz zunächst getrocknet und dann bei maximal 1200°C verbrannt werden. Die kohlenstoffhaltigen Verbindungen in der Proben-Substanz-Menge werden dann in die Gasphase überführt. Die gasförmigen Verbrennungsprodukte werden dann in einer ausgangsseitig des Ofenrohrs nachgeordneten Analyseeinrichtung analysiert. Ein Ofen, wie er vorstehend angegeben ist, wird in einer Art Durchflußbetrieb betrieben, d. h. über das eingangsseitige Ende des Ofenrohrs wird die Probe eingegeben, während an dem anderen Ende des Ofenrohrs die Verbrennungsgase abgeführt werden. Grundsätzlich hat sich eine solche traditionelle Analytik in der Vergangenheit bewährt. Allerdings kann es bei der Verwendung solcher im Durchfluß betriebener Ofenrohranordnungen auftreten, daß diese verstopfen bzw. sich mit Verbrennungsprodukten und Verbrennungsrückständen zusetzen, so daß ein kontinuierlicher oder gleichmäßiger Fluß von Verbrennungsgasen in die nachgeordnete Analyseanordnung nicht immer gewährleistet wird. Weiterhin ist die Reinigung von Matrixabscheidungen sowie die Einbringung von Feststoffproben schwierig oder unmöglich.

Ausgehend von dem vorstehend beschriebenen Stand der Technik liegt nun der Erfindung die Aufgabe zugrunde, eine Vorrichtung und ein Verfahren der eingangs genannten Art derart weiterzubilden, daß die Gefahr einer Verstopfung des Ofens weitgehendst ausgeschlossen ist und mit denen die gewünschten Analysevorgänge wesentlich vereinfacht werden können.

Die vorstehende Aufgabe wird vorrichtungsgemäß durch eine Vorrichtung gemäß den Merkmalen gemäß Anspruch 1 gelöst. Verfahrensgemäß wird die vorstehende Aufgabe durch ein Verfahren mit den Merkmalen des Anspruchs 16 gelöst.

Durch den Reaktoraufbau als Gefäß ist ein Betrieb im sogenannten "Batch-Betrieb" oder chargenweisen Betrieb möglich, was im Gegensatz zu einem im Durchstrom betriebenen Analysegerät den Vorteil hat, daß die Gefahr der Verstopfung, z. B. durch abgeschiedene Salze, praktisch ausgeschlossen ist. Durch den Gefäßaufbau des dynamisch beheizten Reaktors mit der Möglichkeit des schnellen Wech-

sels des Unterteils des Reaktorgefäßes ist die Messung von Feststoffen auf TIC, TC (gesamter Kohlenstoff) und TOC über Säuretrennung des TIC, aber auch über ein Temperaturprogramm zur TIC/TOC Unterscheidung, einfach möglich.

Der Vorteil der Anordnung ist eine wesentliche Vereinfachung des Gesamtverfahrens, verbunden mit einer erheblichen Kosteneinsparung.

Insbesondere im wäßrigen Betrieb oder für Proben in Wasseraufschwemmung ist die TN_b Messung zusätzlich möglich, ebenso wie die Messung anderer Elemente, wie Schwefel oder Halogene, die gasförmige Verbrennungsprodukte bilden.

Im Prinzip besteht die Möglichkeit, die folgenden Summenparameter in Verbindung mit einer nachfolgenden, geeigneten Destillation mit demselben Reaktoraufbau, wie er auch in Fig. 2 dargestellt ist, die nachfolgend noch näher beschrieben wird, zu bestimmen.

Ablauf des Verfahrens für spezifische Analysevorgänge, die mit der erfindungsgemäßen Anordnung sequentiell durch chemische Reaktion vorgenommen werden können:

1) Analyse von TC, TN, TS, TX (gesamter Kohlenstoff C, gesamter Stickstoff N, gesamtes Schwefel S, gesamte Halogene X)

Probe einbringen und unter Vorlage geeigneter Zuschlagstoffe (z. B. WO_3) trocknen und verbrennen.

2) Analyse von TIC (gesamter anorganischer Kohlenstoff):

Probe und Salzsäure eindosieren und bei 100°C einkochen lassen. CO_2 aus Karbonaten wird freigesetzt, ausgetrieben und detektiert.

3) Analyse von NPOC (nicht flüchtiger organischer Kohlenstoff)

Verbleibende Rückstände der TIC Messung auf 800 bis 1000°C erhitzen und entstehendes CO_2 messen (Direktmethode).

4) Analyse von TOC (gesamter organischer Kohlenstoff)

TC und TIC gemäß 1) und 2) messen und $TOC = TC - TIC$ nach Differenzmethode bestimmen.

5) Analyse von POC (flüchtiger organischer Kohlenstoff)

Probe ohne Säure eindosieren und bei 100°C einkochen oder spülen mit Trägergas, entweichendes POC durch Nachoxidation zu CO_2 oxidieren und detektieren.

6) Feststoffmessungen für TC, TOC, TIC, TN, TS, TX, NPOC

Einwiegen der Probe in das Reaktorgefäß, Ansäuern und Fahren eines Temperaturprogramms.

Für die Bestimmungen, wie sie vorstehend aufgeführt sind, wäre mit herkömmlichen Methoden ein erheblich höherer gerätetechnischer Aufbau erforderlich, z. B. an Ventilen oder zusätzlichen Reaktoren.

Das Reaktionsgefäß kann für universellen Einsatz aus Platin gefertigt werden. Alternativ dazu kommt für bestimmte Applikationen auch Edelstahl, Nickel, Quarzglas oder Keramik in Frage. Edelstahl ist dann zu bevorzugen, wenn stark korrodierende Proben untersucht werden, während Nickel oder Edelstahl dann als Material für das Reak-

torgefäß verwendet wird, wenn relativ sauberes Wasser analysiert wird. Quarzglas oder Keramik sollten bevorzugt in Fällen eingesetzt werden, bei denen selbst Platin/Iridium nicht inert ist.

Für die dynamische Heizung kann eine in der Höhe des Behälters reduzierte Version Einsatz kommen, das bedeutet, die Heizeinrichtung überdeckt nur einen Teil der axialen Länge des Reaktorgefäßes und wird während der Verbrennung der Probe gemäß spezifischen Temperaturregelkurven geregelt.

Der Abdeckkopf kann ebenfalls aus Platin, Edelstahl, Quarz oder Keramik bestehen.

Um Alkalien zu binden und zur Oxidationsförderung kann vorzugsweise WO_3 im Reaktor zum Einsatz kommen.

Entsprechend der Erfindung wird die Temperatur des Reaktors, der zum Verbrennen einer zu analysierenden Probe eingesetzt wird, im Bereich von Raumtemperatur bis ca. 1200°C kontrolliert bzw. geregelt. Dadurch kann schrittweise das Wasser der Probe abdestilliert werden. Ist vorher angesäuert worden, wird dabei TIC (gesamter anorganischer Kohlenstoff) freigesetzt und gemessen. Der verbleibende Rückstand, bestehend aus Mineralien und kohlenstoffhaltigen organischen Verbindungen, wird im selben Gefäß auf 900 bis 1200°C erhitzt und in Gegenwart von O_2 oder synthetischer Luft, die als Trägergase fungieren, oxidiert. Der NPOC (nicht flüchtiger organischer Kohlenstoff) wird dabei in CO_2 überführt und mit Infrarot-Photometer gemessen. Der Siede- und Oxidationsvorgang kann noch durch Zuschlagstoffe im Reaktor, wie WO_3 , unterstützt werden.

Das Wesen der Erfindung ist auch darin zu sehen, die bei der TOC (und TN_b (= Gesamtstickstoff, gebunden)) Analytik (TOC = gesamter organischer Kohlenstoff) ablaufenden Trenn- und Verbrennungsvorgänge in einem Reaktorverfahren ablaufen zu lassen.

Vorzugsweise wird auf dem Boden des Behälters ein Katalysator/Absorbermaterial eingefüllt und oberhalb dieses Katalysator/Absorbermaterials Mineralwolle mit Katalysatormaterial eingefüllt. Während der Verbrennung werden die Proben-Substanz-Mengen in das Katalysator/Absorbermaterial bzw. die Mineralwolle zugeführt. An Katalysator/Absorbermaterial wird die Verbrennung beschleunigt und es werden Alkalien gebunden, während die Mineralwolle mit Katalysatormaterial dazu dient, gasförmige Zersetzungsprodukte zu oxidieren. Als Katalysatormaterial wird vorzugsweise WO_3 und Pt auf einem Träger verwendet. Die Verbrennung wird unter Zufuhr von Sauerstoff geführt; darüberhinaus kann über einen Anschluß, beispielsweise denjenigen über den auch das Probenmaterial in den Behälter eingeführt ist, Säure und/oder Wasser zugeführt werden. Säure dient hierbei dazu, aus den Karbonaten (TIC) CO_2 freizusetzen, während eine Zugabe von Wasser immer dann erforderlich ist, wenn eine Verdünnung und Spülung erfolgt.

Bevorzugt wird das Zufuhr-Röhrchen aus einem Platin-Iridium-Material gebildet, wodurch erreicht wird, daß eine lange Standzeit besteht.

Die Heizeinrichtung kann in ihrer Temperatur geregelt werden, wobei bestimmte Temperaturregelkurven, die für bestimmte Analysenvorgänge erforderlich sind, in einem Speicher einer Steuer- und Regeleinheit gespeichert sein können, so daß definierte Temperaturregelabläufe eingehalten werden können, um die Heizeinrichtung mit einem vorgegebenen Temperaturprofil zu betreiben. Um einzelne Elemente in der zu analysierenden Substanz zu bestimmen, kann dem Anschluß zur Eingabe von Proben-Substanz-Mengen und/oder Säure und/oder Wasser eine ansteuerbare Dosiereinrichtung zugeordnet werden, so daß für die jeweiligen Analysevorgänge über diese Dosiereinrichtung die entsprechenden Mengen an Proben-Substanz, Säure und/

oder Wasser in den Reaktor zugeführt werden.

Es ist ersichtlich, daß bei diesem geschlossenen Behälter als zentraler Teil dieser Vorrichtung zur Elementar-Analytik praktisch keine Verstopfungen auftreten können, da das Katalysator/Absorbermaterial und die Mineralwolle am Boden des Behälters angeordnet sind, während der Abfluß für die Verbrennungsgase im oberen Bereich des Behälters vorgesehen ist. Selbst wenn sich an dem Katalysator/Absorbermaterial und der Mineralwolle Stoffe absetzen, wie beispielsweise Salzkristalle, so hat dies keinen Einfluß auf die Abfuhr der Verbrennungsgase an der Oberseite des ansonsten geschlossenen Behälters.

In Strömungsrichtung der Verbrennungsgase gesehen wird im Anschluß an den Reaktor-Behälter ein Kondensor zur Wasserabscheidung vorgesehen. Um Halogene zu absorbieren, wird im Anschluß an den Kondensator eine mit Silberwolle gefüllte Einrichtung angeordnet, der dann bevorzugt ein Membranschlauch zur Gastrocknung folgt. Bei einem solchen Membranschlauch kann es sich um Permapure-Material handeln. Dem Membranschlauch ist dann ein Durchflußregler sowie ein Infrarot-Photometer zur Analyse nachgeordnet. Die gesamte Vorrichtung bzw. der entsprechende Verfahrensablauf kann mittels einer zentralen Verarbeitungseinheit, in dem auch die Temperaturregelprofile zum Betreiben der Heizeinrichtung des Reaktor-Behälters gespeichert sind, sowie die Dosierung der jeweiligen Proben-Substanz-Mengen, gesteuert und geregelt werden.

Weitere Einzelheiten und Merkmale ergeben sich aus der nachfolgenden Beschreibung eines Ausführungsbeispiels anhand der Zeichnung.

In der Zeichnung zeigt

Fig. 1 eine schematische Darstellung des Gesamtaufbaus der erfindungsgemäßen Vorrichtung, mit der das erfindungsgemäße Verfahren ausführbar ist, und

Fig. 2 den Reaktor, wie er in Fig. 1 zu sehen ist, in einer vergrößerten Darstellung.

Bei dem Reaktor 1, wie er in der Vorrichtung der Fig. 1 als zentrales Bauteil eingesetzt ist und wie er in Fig. 2 in einer vergrößerten Darstellung gezeigt ist, handelt es sich um einen geschlossenen Behälter 2, wobei dem Behälter 2 eine dynamische Heizeinrichtung 3 zugeordnet ist. Der Reaktor 1 umfaßt in seinem Deckel 4 drei Anschlüsse 5, 6 und 7: Über den Anschluß 5 wird die zu analysierende Probe zugeführt. Hierzu wird aus einem Probenbehälter 8 mittels Ansaugkanüle 9 und Pumpe 10 über ein Schleifenventil 11 die Probe in den Reaktor 1 in einer vorgegebenen Menge befördert. Darüberhinaus kann über das Schleifenventil 11 und eine weitere Pumpe 12 sowie ein Umsteuerventil 13 H_2O und/oder HCl , in jeweiligen Behältern 14 und 15 bevorratet, eingeführt werden. Mit dem Bezugszeichen 32 ist ein Ablauf des Schleifenventils 11 bezeichnet: Mit dem Schleifenventil kann der Anschluß 5 wahlweise auch verschlossen werden. Der Anschluß 6 des Reaktors 1 dient zur Zuführung von Luft oder O_2 , wobei in diese Zufuhrleitung ein Absperrventil 16, ein Manometer 17 und ein Strömungsmesser 18 eingebaut sind, um die Zugabe von Luft und/oder O_2 definiert zu dosieren. Die Zufuhrleitung erstreckt sich bis in den Bereich oberhalb des Bodens des Behälters 2.

Wie in Fig. 2 zu erkennen ist, in der der Reaktor 1 etwa maßstabsgerecht dargestellt ist, ist in dem Behälter 2 des Reaktors 1 im Bereich dessen Bodens zunächst eine Schicht 19 aus Katalysator/Absorbermaterial eingefüllt, wobei es sich hierbei bevorzugt um WO_3 handelt. Oberhalb dieser Schicht 19 ist Mineralwolle 20 eingefüllt, die zusätzliches Katalysatormaterial in Form von Platin enthält.

Die in den Reaktor 1 über den Anschluß 5 und das sich daran anschließende Zufuhrrohr 21, das vorzugsweise aus einem Platin-Iridium-Material besteht, wird die erforderliche

che Menge an Probenmaterial eingefüllt, und zwar in den Bereich des Bodens, in dem die Schicht 19 angeordnet ist. Danach wird die Heizeinrichtung 3 betätigt, um zunächst bei Temperaturen von etwa 100°C die Proben-Substanz-Menge zu trocknen und anschließend bei 900 bis 1200°C zu verbrennen. Bei dem Katalysator/Absorber auf dem Boden des Behälters (Schicht 19) handelt es sich vorzugsweise um WO₃, das den Vorteil hat, daß die Oxidation unterstützt wird, Alkalien gebunden werden und die Freisetzung von CO₂ aus Karbonaten beschleunigt wird.

Die Verbrennungsgase können dann, nach einer dynamischen Verbrennung, unter definierter Einstellung eines Temperaturprofils, mit dem die Heizeinrichtung betrieben wird, über den Anschluß 7 einem Luftkühler 22, gegebenenfalls unter Zwischenschaltung einer nicht näher dargestellten Nachoxidation, zugeführt werden. In dem Kühler, der auch als Kondensor bezeichnet werden kann, erfolgt eine Wasserabscheidung, wobei die auskondensierte Feuchtigkeit über einen Ablauf, mit dem Bezugszeichen 23 bezeichnet, abgelassen werden kann. Dieser Kühler 22 kann zusätzlich über einen Ventilator bzw. ein Gebläse 24 gekühlt werden. Hierzu wird die kühlende Luft des Ventilators 24 über einen Schieber bzw. ein Ablenkteil 26 in einer Stellung, wie sie in Fig. 1 gezeigt ist, in Richtung des Kondensators 22 umgelenkt. Alternativ kann aber der Ventilator 24 auch dazu verwendet werden, die Heizeinrichtung 2 bzw. den Reaktor 1 selbst zu kühlen, wobei dann das Ablenkteil 26 in Richtung des Doppelpfeils 25 nach oben verschoben wird, so daß die Luftströmung des Ventilators 24 unmittelbar auf die Heizeinrichtung geführt wird. Hierdurch kann das Temperaturprofil schnell unter Zwangskühlung der Heizeinrichtung des Reaktors zu niedrigen Temperaturen hin verändert werden, d. h. zwischen den einzelnen Analysevorgängen kann der Reaktor 1 schnell abgekühlt werden.

Von dem Kühler bzw. Kondensor 22 werden dann die Verbrennungsgase über eine Silberwolle enthaltende Einrichtung 27 geführt, um dort Halogene zu absorbieren. Der Einrichtung 27 ist ein Membranschlauch 28 nachgeordnet, der zur Gastrocknung dient. Von dem Membranschlauch 28 werden dann die Verbrennungsgase einem Durchflußregler 29 und einem Infrarot-Photometer 30 zur Analyse zugeführt. Die Analysedaten können über einen PC 31 aufgezeichnet und ausgewertet werden.

Der PC 31 enthält auch Temperaturregelkurven, um die Heizeinrichtung 2 des Reaktors 1, den jeweiligen Analysevorgängen, die durchgeführt werden sollen, entsprechend anzusteuern. Weiterhin werden mit dem PC 31 die jeweiligen Ventile sowie die Pumpen und sonstige Einrichtungen angesteuert, um die einzelnen Analysevorgänge zu steuern und zu regeln.

Der Reaktor-Behälter 2 ist ein Metall- (Nickel, Edelstahl oder Platin) und/oder Keramik- bzw. Quarz-Tiegel.

Aufgrund des Reaktors 1 in Form eines geschlossenen Behälters, der seine Anschlüsse an der Oberseite besitzt, in Verbindung mit einer dynamischen Temperaturregelung werden folgende Vorteile erreicht:

- alle typischen Analysenmodi (TC, TOC, NPOC, TIC, POC u. a.) können in einem Reaktor ablaufen
- leichte und schnelle Reinigung des Reaktors
- Analyse von Flüssigkeiten und Feststoffen in einem Reaktor ohne Umbau möglich
- Ausschaltung der Verstopfungsgefahr z. B. bei stark salzhaltigen Proben
- Entfall eines großen Verbrennungs- und Nachverbrennungsofens
- Entfall einer großen Zahl von Ventilen sowie Flüssigkeits- und Gasleitungen bzw. einfacher und preis-

günstiger Aufbau möglich ohne Einschränkung der Analysefunktionen
- Analyse stark salz- und partikelhaltiger Proben möglich.

Patentansprüche

1. Vorrichtung zur Elementar-Analytik für die Bestimmung von Kohlenstoff, Stickstoff, Schwefel und/oder Halogenen flüssiger und/oder fester Proben-Substanzen mit einer Verbrennungseinrichtung, die einen Anschluß zur Eingabe von Proben-Substanz-Mengen und/oder Säure und/oder Wasser, einen Anschluß zur Sauerstoff-Zufuhr sowie einen Anschluß für die Abfuhr von Verbrennungsgasen sowie eine Heizeinrichtung aufweist, **dadurch gekennzeichnet**, daß die Verbrennungseinrichtung als Reaktor (1) mit einem geschlossenen Behälter (2) ausgebildet ist, wobei der Behälter (2) an seiner Oberseite zumindest den Anschluß (7) für die Abfuhr der Verbrennungsgase aufweist und wobei zumindest die Sauerstoff-Zufuhr (6) und der Anschluß (5) für die Eingabe des Probenmaterials verschließbar sind.
2. Vorrichtung nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, daß auf dem Boden des Behälters (3) ein Katalysator/Absorbermaterial (19) eingefüllt ist.
3. Vorrichtung nach Anspruch 2, **dadurch gekennzeichnet**, daß in dem Behälter, oberhalb des Katalysator/Absorbermaterials, Mineralwolle (20) mit Katalysatormaterial eingefüllt ist.
4. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 1 bis 3, **dadurch gekennzeichnet**, daß der Anschluß (5) für die Eingabe von Probenmaterial und Säure und/oder Wasser ein Zufuhr-Röhrchen (21) aufweist, dessen Ende bis in den unteren Bereich des Reaktor-Behälters (2) reicht.
5. Vorrichtung nach Anspruch 4, **dadurch gekennzeichnet**, daß das Zufuhr-Röhrchen (21) aus Platin-Iridium gebildet ist.
6. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 1 bis 5, **dadurch gekennzeichnet**, daß die Heizeinrichtung (3) in ihrer Temperatur regelbar ist.
7. Vorrichtung nach Anspruch 6, **dadurch gekennzeichnet**, daß eine Speichereinrichtung (31) vorgesehen ist, in der verschiedene, bestimmte Analysevorgänge zugeordneten Temperaturregelkurven gespeichert sind.
8. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 1 bis 7, **dadurch gekennzeichnet**, daß Anschluß (5) zur Eingabe von Proben-Substanz-Mengen und/oder Säure und/oder Wasser eine ansteuerbare Dosiereinrichtung (10, 11, 12, 13) zugeordnet ist.
9. Vorrichtung nach Anspruch 8, **dadurch gekennzeichnet**, daß die Dosiereinrichtung den Eingabe-Anschluß (5) wahlweise mit einem Probenmaterial-Vorrat (8), einem Wasser-Vorrat (14) oder einem Säure-Vorrat (15) verbindbar ist.
10. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 1 bis 9, **dadurch gekennzeichnet**, daß dem Abfuhr-Anschluß (7) ein Wasserkondensor (22) nachgeordnet ist.
11. Vorrichtung nach Anspruch 10, **dadurch gekennzeichnet**, daß dem Wasserkondensor (22) eine Silberwolle enthaltende Einrichtung (27) nachgeordnet ist.
12. Vorrichtung nach Anspruch 11, **dadurch gekennzeichnet**, daß der Silberwolle enthaltenden Einrichtung (27) eine Trocknungseinrichtung (28) nachgeordnet ist.
13. Vorrichtung nach Anspruch 12, **dadurch gekennzeichnet**,

zeichnet, daß die Trocknungseinrichtung einen Membranschlauch (28) umfaßt.

14. Vorrichtung nach Anspruch 13, dadurch gekennzeichnet, daß dem Membranschlauch (28) ein Durchflußregler (29) und ein Infrarot-Photometer (30) nachgeordnet sind.

15. Vorrichtung nach einem der Ansprüche 1 bis 14, dadurch gekennzeichnet, daß der Reaktor-Behälter (2) mit einem Deckel (4) verschlossen ist, wobei in dem Deckel (4) alle Anschlüsse (5, 6, 7) für Zufuhr und Abfuhr angeordnet sind.

16. Verfahren zur Elementar-Analytik für die Bestimmung von Kohlenstoff, Stickstoff, Schwefel und/oder Halogenen-flüssiger und/oder fester Proben-Substanzen, wobei einer Verbrennungseinrichtung Proben-Substanz-Mengen und/oder Säure und/oder Wasser sowie Sauerstoff in dosierten Mengen zugeführt werden, wobei in der Verbrennungseinrichtung die Proben-Substanz-Mengen getrocknet und verbrannt und in einer der Verbrennungseinrichtung nachgeordneten Analyseeinrichtung analysiert werden, dadurch gekennzeichnet, daß die Trocknung und Verbrennung der zu untersuchenden Substanzen in einem Reaktor mit einem geschlossenen Behälter erfolgt, wobei die Verdampfungs- und Verbrennungsgase im Bereich der Oberseite des Reaktor-Behälters zur Analyse abgeführt werden.

17. Verfahren nach Anspruch 16, dadurch gekennzeichnet, daß die Zufuhr der Proben-Substanz-Mengen ebenso wie die Zufuhr von Sauerstoff oder synthetischer Luft als Oxidationsmittel und Trägergas über ein Röhrchen in den unteren Teil des Reaktor-Behälter erfolgt.

18. Verfahren nach Anspruch 16 oder 17, dadurch gekennzeichnet, daß während der Trocknung und Verbrennung der Proben-Substanz-Menge jeweils die Heizeinrichtung entsprechend einzelnen Analysenvorgängen zugeordneten Temperaturregelkurven geregelt wird.

19. Verfahren nach Anspruch 18, dadurch gekennzeichnet, daß für die Temperaturregelung auf in einer Speichereinrichtung gespeicherten Temperaturregelkurven zugegriffen wird, die entsprechend den erforderlichen Analysenvorgängen nacheinander abgerufen werden.

20. Verfahren nach einem der Ansprüche 16 bis 19, dadurch gekennzeichnet, daß die Eingabe von Proben-Substanz-Mengen und/oder Säure und/oder Wasser aus entsprechenden Vorräten über eine ansteuerbare Dosiereinrichtung vorgenommen wird.

21. Verfahren nach einem der Ansprüche 16 bis 20, dadurch gekennzeichnet, daß der Reaktor-Behälter aufeinanderfolgend chargenweise bzw. im Batch-Betrieb mit Proben-Substanz-Mengen zur spezifischen Analyse von Elementar-Bestandteilen gefüllt wird.

22. Verfahren nach einem der Ansprüche 16 bis 21, dadurch gekennzeichnet, daß durch Trägergas, wie Sauerstoff, flüchtige organische Verbindungen aus einer wäßrigen Probe ausgetrieben, oxidiert und analysiert werden.

23. Verfahren nach einem der Ansprüche 16 bis 21, dadurch gekennzeichnet, daß die Verdampfungsprodukte und Verbrennungsgase im Anschluß an den Reaktor-Behälter einem Kondensator zur Wasserabscheidung zugeführt werden.

24. Verfahren nach Anspruch 23, dadurch gekennzeichnet, daß die Verdampfungsprodukte und Verbrennungsgase im Anschluß an den Kondensator durch eine mit Silberwolle gefüllte Einrichtung zur Absorption

von Halogenen hindurchgeführt werden.

25. Verfahren nach Anspruch 24, dadurch gekennzeichnet, daß die Verdampfungsprodukte und Verbrennungsgase im Anschluß an die mit Silberwolle gefüllte Einrichtung durch einen Membranschlauch zur Gastrocknung hindurchgeführt werden.

26. Verfahren nach Anspruch 25, dadurch gekennzeichnet, daß die Verdampfungsprodukte und Verbrennungsgase im Anschluß an den Membranschlauch einem Durchflußregler und einem Infrarot-Photometer zur Analyse zugeführt werden.

Hierzu 2 Seite(n) Zeichnungen

- Leerseite -

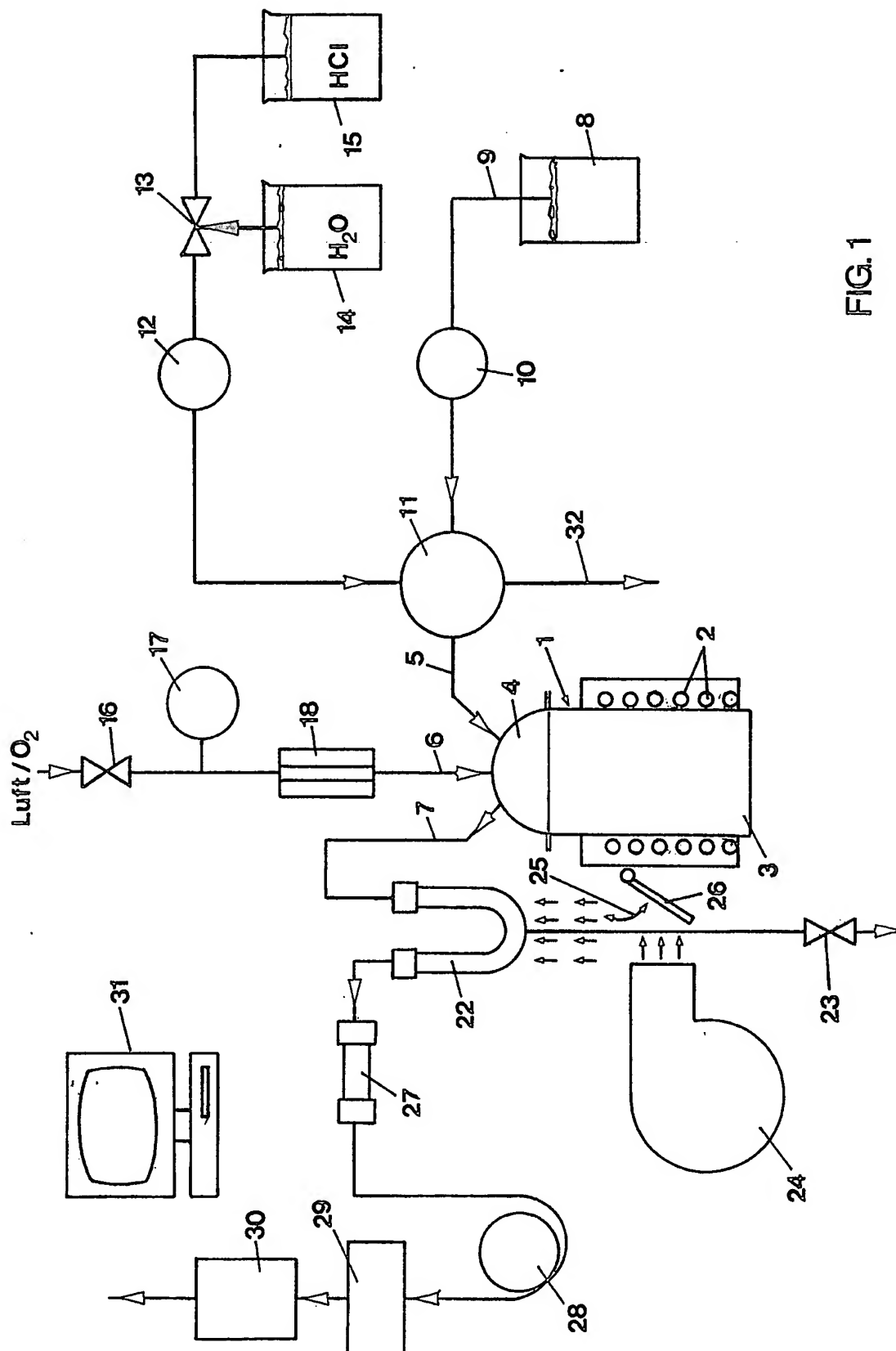


FIG. 1

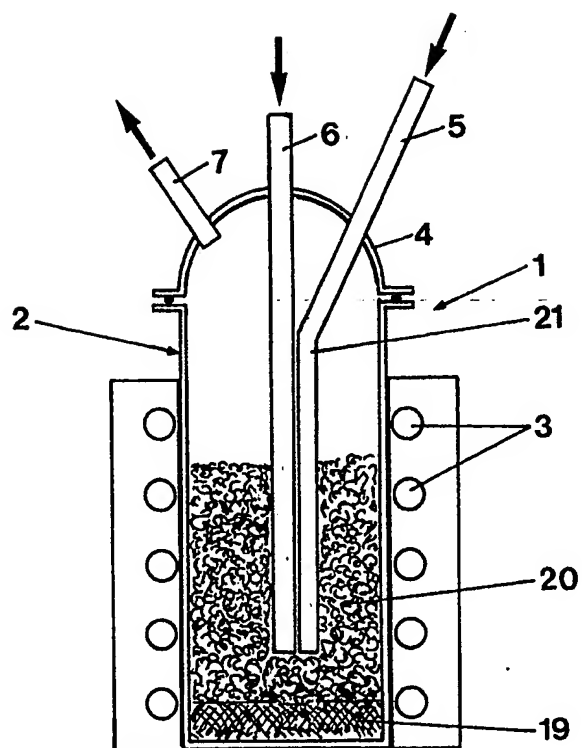


FIG. 2